

Rec'd PCT/PTO 03 JUN 2005

PCT/JP 03/08728

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

09.07.03

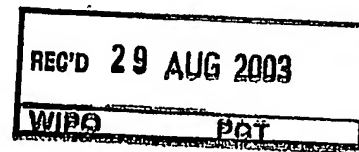
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年12月16日

出願番号  
Application Number: 特願2002-363973  
[ST. 10/C]: [JP 2002-363973]

出願人  
Applicant(s): 科学技術振興事業団

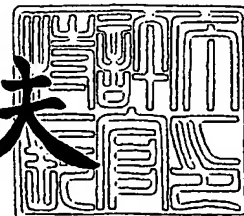


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 8月15日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3066434

【書類名】 特許願

【特記事項】 特許法第30条第1項の規定の適用を受けようとする特許出願

【整理番号】 P140154

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C08J 9/00  
B82B 3/00

【発明者】

    【住所又は居所】 宮城県仙台市青葉区米ヶ袋1-3-2-405

    【氏名】 中西 八郎

【発明者】

    【住所又は居所】 宮城県仙台市太白区郡山6-5-10-505

    【氏名】 笠井 均

【発明者】

    【住所又は居所】 宮城県仙台市青葉区五橋2-10-1-612

    【氏名】 三浦 啓彦

【発明者】

    【住所又は居所】 宮城県仙台市太白区郡山6-5-13-503

    【氏名】 及川 英俊

【発明者】

    【住所又は居所】 宮城県仙台市太白区郡山6-5-8-505

    【氏名】 岡田 修司

【特許出願人】

    【識別番号】 396020800

    【氏名又は名称】 科学技術振興事業団

    【代表者】 沖村 憲樹

【代理人】

【識別番号】 100110168

【弁理士】

【氏名又は名称】 宮本 晴視

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 066992

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 孔質性ポリイミド系微粒子の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ポリアミド酸に対して 0.5～80 重量%のアルカリ金属塩を含有するポリアミド酸を 0.1～15 重量%の濃度で有機溶媒に溶解したポリマー溶液を、脂肪族系溶剤、脂環式系溶剤、芳香族系溶剤、CS<sub>2</sub>及びこれらの 2 種以上の混合物から選択され、温度を -20℃～60℃に制御した貧溶媒に注入して、前記貧溶媒の温度を制御して粒径が 50 nm～10000 nmであり、前記アルカリ金属塩の含有量若しくは種類により制御された 20 nm～500 nm の孔径、0.1%～30%の孔率を有するポリアミド酸微粒子を形成し、次いで該ポリアミド酸粒子を化学イミド化または熱イミド化、若しくは化学イミド化した後、熱イミド化をすることにより、前記孔径及び孔率を保持した孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法。

【請求項 2】 良溶媒として用いる有機溶媒が極性のアミド系溶媒である N,N-ジメチルアセトアミド、ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドンまたはこれらの 2 種以上の混合物であり、貧溶媒がデカリン、シクロヘキサン、ヘキサン、ベンゼン、トルエン、CS<sub>2</sub>またはこれらの 2 種以上の混合物であることを特徴とする請求項 1 に記載の孔径及び孔率の孔質性ポリアミド酸微粒子を形成後、前記化学イミド化して、前記粒径分散性、孔径及び孔率を保持した孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法。

【請求項 3】 化学イミド化工程がアルカリ金属塩の含有量若しくは種類により制御された孔径、孔率のポリアミド酸微粒子分散液に、攪拌下、無水酢酸ーピリジン混合溶媒を加えて完了することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法。

【請求項 4】 ポリアミド酸の平均分子量（測定法、重量）が 8000～22000 の範囲にあることを特徴とする請求項 1、2、または 3 に記載の孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

**【発明の属する技術分野】**

本発明は、アルカリ金属塩を所定量含有するポリアミド酸の溶液を、貧溶媒に注入して、再沈澱により孔質性ポリアミド酸微粒子を形成させ、前記孔質性ポリアミド酸微粒子をイミド化することにより、孔質性ポリイミド微粒子を再現性良く製造する方法に関する。

本明細書において、孔率とは、微粒子の表面積に対する孔の総面積の比率のことを言う。

**【0002】****【従来の技術】**

孔質性ポリイミド系微粒子は、ポリイミドが高い耐熱性、耐溶剤性、優れた絶縁性を有することから、触媒担体、ドラッグデリバリー、分離用フィルター、低誘電材料など様々な用途がある。また、ポリイミド系微粒子においては、形成された細孔がナノレベルの構造を取り、ナノレベルの粒径の種々の材料の鑄型として有用である。

従来孔質性のポリマー材料の作製には、スプレードライ法などが用いられている。しかしながら、前記方法は製造条件の制御、溶媒選択などが難しいという問題点があった。したがって、もっと簡易で、再現性の良いポリマー多孔質材料、特に前記化学的、物理的特性の優れた孔質性ポリイミド系微粒子が望まれている。

**【0003】****【非特許文献1】**

Hyuck Jai Lee, Jongok Won, Hoosung Lee, Yong Soo Kang, 「Solution properties of poly(amic acid)-NMP containing LiCl and their effects on membrane morphologies」 Journal of Membrane Science 196, 267-277 (2002)

**【非特許文献2】**

高分子学会年次大会の平成13年5月25日に、講演題目「IIIF08 再沈法によるポリイミド微粒子の作製」の研究報告、Polymer Preprint, Japan Vol.50, No.3, p 484

**【非特許文献3】**

X.D.ZHOU, S.C.ZHANG, W.HUEBNER, P.D.OWNBY, 「Effect of the solvent on the particle morphology of spray dried PMMA」, JOURNAL of MATERIALS SCIENCE, Vol.36, 3759-3767 (2001)

#### 【0004】

前記非特許文献1には、LiClのポリアミク酸-NMP溶液への添加は溶液特性及び形成される膜の形態の両者に影響を及ぼすこと、LiCl含有ポリアミク酸-NMPの溶液を用いてキャストニングにより形成された膜は、ポリマーがゲル化することにより大きな孔が生成しづらく、主としてスポンジ構造になること、また、LiClの濃度の増加は膜の孔率（ポロシティー）が増大させることなどが記載されている。

一方、本発明者らは、ポリイミドナノ粒子の製造に再沈法という、ポリアミド酸溶液を前記溶液の溶媒と相溶性を持つ貧溶媒に注入する方法により、ナノメートルオーダーに制御されたポリアミド酸微粒子を作製した後、イミド化処理を施すことで、ポリイミドナノ粒子を生成させる方法を確立してきた（非特許文献2）。前記再沈法によりポリイミドナノ粒子を生成させる中で一部孔質性ポリイミドナノ粒子が生成する場合があったが、極めて再現性が悪いものであった。

前記非特許文献3には、スプレードライ法において、PMMAの溶剤としてアセトン／水の組み合わせを用いた場合とTHF／水の組み合わせを用いた場合では、前者ではポーラス粒子が形成され、後者ではハニカム構造の粒子が形成されること、これは溶剤とPMMAとの相互作用の違いに基づくことが記載されている。すなわち、形成される粒子の形態は使用する溶剤などにより左右されることに言及している。

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、前記スプレードライ法の不都合を取り除いた、簡易で、再現性の良い孔質性微粒子ポリマー、特に孔質性ポリイミド微粒子、特にナノ粒子を製造する方法を提供することである。前記課題を解決するために、本発明者らは、前記本発明者らが開発してきた前記ポリイミド微粒子、特にナノ粒子を製造する方法が適用できないか、鋭意検討する中で、2, 2-（3, 4-ジカルボキシ

フェニル) -1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロパン二無水物と4, 4-ジアミノジフェニルエーテルとをN-メチルピロリドン (NMP) 溶媒中でポリアミド酸を製造した後、所定量のLiClを配合したポリアミド酸溶液を調製し、前記ポリアミド酸の貧溶媒であるシクロヘキサン中またはCS<sub>2</sub>を添加したシクロヘキサン混合液中に注入する再沈法を試みたところ、LiClの配合量に対応した孔質性 (孔径、孔率などの特性) ポリアミド酸が形成され、該孔質性ポリアミド酸は化学イミド化により孔質性ポリイミド微粒子にすることが出来ることを見出し前記課題を解決することが出来た。

また、塩化物イオンを他のハロゲンイオン、硝酸イオンなどの他のアニオンに変えた場合においても同様に孔質性ポリイミドが形成されることが確認されている。特にLiBrはLiClと同等の特性を示すことが確認されている。また、リチウムイオンを他のアルカリ金属イオンに変えた場合も孔質性ポリイミドが形成されることが確認されている。

#### 【0006】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、ポリアミド酸に対して0.5～80重量%のアルカリ金属塩を含有するポリアミド酸を0.1～15重量%の濃度で溶解したポリマー溶液を、脂肪族系溶剤、脂環式系溶剤、芳香族系溶剤、CS<sub>2</sub>及びこれらの2種以上の混合物から選択され、温度を-20℃～60℃に制御した貧溶媒に注入することにより、前記貧溶媒の温度を制御して粒径が50nm～10000nmであり、前記アルカリ金属塩の含有量若しくは種類により制御された20nm～500nmの孔径、0.1%～30%の孔率を有するポリアミド酸微粒子を形成し、次いで該ポリアミド酸粒子を化学イミド化または熱イミド化、若しくは化学イミド化した後、熱イミド化をすることにより、前記粒径分散性、孔径及び孔率を保持した孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法である。好ましくは、良溶媒として用いる有機溶媒が極性のアミド系溶媒であるN,N-ジメチルアセトアミド、ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン (NMP) またはこれらの2種以上の混合物であり、貧溶媒がデカリン、シクロヘキサン、ヘキサン、ベンゼン、トルエン、CS<sub>2</sub>またはこれらの2種以上の混合物であることを特徴とする前記粒径分散性、

孔径及び孔率のポリアミド酸微粒子を形成後、前記イミド化して、前記粒径分散性、孔径及び孔率を保持した孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法であり、より好ましくは、化学イミド化工程がアルカリ金属塩の含有量若しくは種類により制御された孔径、孔率のポリアミド酸微粒子分散液に、攪拌下、無水酢酸／ピリジン混合溶媒を加えて完了することを特徴とする前記各孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法であり、一層好ましくは、ポリアミド酸の平均分子量（測定法、重量）が8000～220000の範囲にあることを特徴とする前記孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法である。

#### 【0007】

##### 【本発明の実施の態様】

本発明をより詳細に説明する。

A. 本発明で孔質性ポリアミド酸微粒子を形成する再沈法は、溶液中にアルカリ金属塩が含有されている点を除いてポリアミド酸微粒子の製造に用いる方法と違いがない。再沈法の工程は図1に示すとおりであり、A、B工程で、貧溶媒中に、所定量のアルカリ金属塩を含有するポリアミド酸の溶液を注入し、再沈法によりアルカリ金属塩の含有量若しくは種類に対応した孔径及び孔率を保持した孔質性ポリアミド酸微粒子を得る。溶液注入の際の貧溶媒の攪拌は、100～3000rpmで行うことが好ましいが、必ずしも必要ではない。また、作製した孔質性微粒子の分散向上のため、注入する溶液にはポリアクリル酸エステル系の中性高分子界面活性剤（アクリディック：大日本インキ製）を0.1重量%含有させることがあるが、必ずしも必要ではない。次いでC工程で無水酢酸／ピリジン混合溶媒を添加し、100～3000rpmの攪拌下で化学イミド化して、前記孔径及び孔率を保持した孔質性ポリイミド微粒子とする。イミド化工程は熱イミド化としても良いし、前記化学イミド化を施した後、熱イミド化を行っても良い。

#### 【0008】

B. ポリアミド酸（ポリアミック酸ともいう。）の溶剤としては、汎用の有機溶媒ならば使用でき、これらのものとして、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、アセトニトリル、アルコール系（メタノール、エタノール、イソプロパノールなど）、N,N-ジメチルアセトアミド、ジメチル



ホルムアミド、N-メチルピロリドン (NMP) などを挙げることができるが、極性のアミド系溶媒である前記N,N-ジメチルアセトアミド、NMP、ジメチルホルムアミドが好ましい。

ポリアミド酸の溶液濃度も生成する粒子サイズに影響する大きなファクターであり、特にポリアミド酸の分子量が大きいほど溶液濃度の影響が大きい。ポリアミド酸の濃度は0.1～15.0重量%程度が良く、分子量が大きい場合には0.5重量%前後が好ましい。また、4.0重量%と濃度が濃くなると、孔質性微粒子は凝集した。

#### 【0009】

C. 再沈法に使用される、前記ポリアミド酸の溶媒と相溶性を持ち前記ポリアミド酸の貧溶媒としては、ヘキサン（脂肪族系）、デカリン、シクロヘキサン（脂環式系）、ベンゼン、トルエン（芳香族系）、二硫化炭素、またはこれらの2種以上の混合溶媒を利用できるが、脂環式系溶媒及びこれと二硫化炭素の混合溶媒が好ましい。

D. 貧溶媒の温度は、室温程度の条件で十分であるが、温度条件を制御することで制御された粒径の孔質性ポリアミド酸微粒子を製造することが可能であり、30℃より低い温度の場合、孔質性ポリアミド酸微粒子の粒径が大きくなる傾向にあり、最大で10000nmの孔質性ポリアミド酸微粒子が生成された。

E. 本発明で使用されるポリイミドの分子量は、基本的には、孔質性ポリイミド微粒子の用途との関連で適宜選択できるが、所望の粒径の微粒子を安定的に製造するためには、平均分子量（重量）が8000～220000の範囲にあることが好ましい。

#### 【0010】

##### 【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、この例示により本発明が限定的に解釈されるものではない。

##### 実施例1

2, 2- (3, 4-ジカルボキシフェニル) -1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロパン二無水物と4, 4-ジアミノジフェニルエーテルの重合によ

り得られたポリアミド酸（分子量：68650）を1.54重量%で、NMP（前記アクリディック：0.1重量%含有）に溶解させ、さらにポリアミド酸溶液に含有するポリアミド酸に対するLiClの配合量がそれぞれ、5質量%（a）、10質量%（b）および20質量%（c）／ポリアミド酸となるように溶液を調製した後、前記溶液0.1mlを、室温下、1500rpmの攪拌条件下で、マイクロシリンジを用いて、10mlのシクロヘキサンに注入した。形成される孔質性ポリアミド酸微粒子の孔率は、前記LiClの配合量の増大に伴って大きくなった。

前記孔質性ポリアミド酸微粒子分散液にピリジン／無水酢酸のモル比が1／1の混合溶液0.1mlを攪拌下加えて、約2時間保持する化学イミド化が完了し、前記孔質性ポリアミド酸微粒子の孔質性を保った孔質性ポリイミド微粒子が得られた。孔質性ポリイミド微粒子の孔質性（孔径、粒径、孔率）を走査電子顕微鏡（SEM）観察した。結果を図2に示す。

#### 【0011】

##### 実施例 2

2, 2-（3, 4-ジカルボキシフェニル）-1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロパン二無水物と4, 4-ジアミノジフェニルエーテルの重合により得られたポリアミド酸（分子量：68650）を1.54重量%で、NMP（前記アクリディック：0.1重量%含有）に溶解させ、さらにポリアミド酸に対して20重量%のLiClを添加した後、前記溶液0.1mlを、室温下、1000rpmの攪拌条件下で、10容積%（a）、20容積%（b）のCS<sub>2</sub>を加えたシクロヘキサン混合液（10ml）にマイクロシリンジを用いて注入した。形成される孔質性ポリアミド酸微粒子の粒径や孔率は、前記CS<sub>2</sub>の配合量の増大に伴って小さくなった。

前記孔質性ポリアミド酸微粒子分散液にピリジン／無水酢酸のモル比が1／1の混合溶液0.1mlを、攪拌下加えて、約2時間保持する化学イミド化を施した後、250℃で3時間保持する熱イミド化を行うことにより、前記孔質性ポリアミド酸微粒子の孔質性を保ちつつ、イミド化が定量的に進行した孔質性ポリイミド微粒子が得られた。孔質性ポリイミド微粒子の孔質性（孔径、粒径、孔率）

を走査電子顕微鏡 (SEM) 観察した。結果を図3に示す。

### 【0012】

#### 実施例3

2, 2- (3, 4-ジカルボキシフェニル) -1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロパン二無水物と4, 4-ジアミノジフェニルエーテルの重合により得られたポリアミド酸 (分子量: 68650) を1.5重量%で、NMP (前記アクリディック: 0.1重量%含有) に溶解させた後、ポリアミド酸溶液に含有するポリアミド酸に対するLiBr (a)、LiI (b)、LiNO<sub>3</sub> (c)、KBr (d) の配合量が20質量%/ポリアミド酸となるように溶液を調製し、前記溶液0.1mlを、室温下、1500rpmの攪拌条件下で、マイクロシリンジを用いて、10mlのシクロヘキサンに注入した。形成される孔質性ポリアミド酸微粒子の孔径や孔率は、前記アルカリ金属塩の種類により異なるが、全て孔質性ポリアミド酸微粒子が認められた。特に、LiNO<sub>3</sub>を使用した場合、孔径が最大500nm程度となった。

前記孔質性ポリアミド酸微粒子分散液にピリジン/無水酢酸のモル比が1/1の混合溶液0.1mLを攪拌下加えて、約2時間保持する化学イミド化が完了し、前記孔質性ポリアミド酸微粒子の孔質性を保った孔質性ポリイミド微粒子が得られた。孔質性ポリイミド微粒子の孔質性 (孔径、粒径、孔率) を走査電子顕微鏡 (SEM) 観察した。結果を図4に示す。

### 【0013】

#### 実施例4

2, 2- (3, 4-ジカルボキシフェニル) -1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロプロパン二無水物と4, 4-ジアミノジフェニルエーテルの重合により得られた、様々な分子量 (8000、48000、69000、93000、220000) のポリアミド酸を1.54重量%で、NMP (前記アクリディック: 0.1重量%含有) に溶解させ、さらにポリアミド酸溶液に含有するポリアミド酸に対するLiClの配合量が20質量%/ポリアミド酸となるように溶液を調製した後、前記溶液0.1mlを、室温下、1500rpmの攪拌条件下で、マイクロシリンジを用いて、10mlのシクロヘキサンに注入した。

前記孔質性ポリアミド酸微粒子分散液にピリジン／無水酢酸のモル比が1／1の混合溶液0.1mlを攪拌下加えて、約2時間保持する化学イミド化が完了し、前記孔質性ポリアミド酸微粒子の孔質性を保った孔質性ポリイミド微粒子が得られた。孔質性ポリイミド微粒子の孔質性（孔径、粒径、孔率）を走査電子顕微鏡（SEM）観察した結果、使用するポリアミド酸の平均分子量が低いとき、粒径と孔率が微小化する傾向が認められた。

#### 【0014】

##### 実施例5

ピロメリック酸二無水物と4,4-オキシジアニリンの重合により得られたポリアミド酸（分子量：120000）0.1～15.0重量%で、NMP/DMF（1：1混合）に溶解させ、さらにポリアミド酸溶液に含有するポリアミド酸に対するLiClの配合量が20質量%/ポリアミド酸となるように溶液を調製した後、前記溶液0.1mlを、室温下、1500rpmの攪拌条件下で、マイクロシリンジを用いて、10mlのシクロヘキサンに注入した。

前記孔質性ポリアミド酸微粒子分散液にピリジン／無水酢酸のモル比が1／1の混合溶液0.1mlを攪拌下加えて、約2時間保持する化学イミド化が完了し、前記孔質性ポリアミド酸微粒子の孔質性を保った孔質性ポリイミド微粒子が得られた。孔質性ポリイミド微粒子の孔質性（孔径、粒径、孔率）を走査電子顕微鏡（SEM）観察した結果、使用するポリアミド酸溶液の濃度が低いとき、粒径と孔径が微小化し、孔率も減少する傾向が認められた。また、ポリアミド酸溶液の濃度が4.0重量%を越えると、孔質性微粒子は凝集した。

#### 【0015】

##### 実施例6

2,2-(3,4-ジカルボキシフェニル)-1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロプロパン二無水物と4,4-ジアミノジフェニルエーテルの重合により得られたポリアミド酸（分子量：68650）1.54重量%で、NMP（前記アクリディック：0.1重量%含有）に溶解させ、さらにポリアミド酸溶液に含有するポリアミド酸に対するLiClの配合量が20質量%/ポリアミド酸となるように溶液を調製した後、前記溶液0.1mlを、20℃（a）、40℃

(b) 下、1500 rpmの攪拌条件下で、マイクロシリンジを用いて、10 mlのシクロヘキサンに注入した。また、上記と同様の条件で、ポリアミド酸に対するLiClの配合量が60質量%の溶液0.1 mlを、60℃(c) 下、10 mlのシクロヘキサンに注入した。孔質性ポリアミド酸微粒子の粒径と孔径は、高温下で作製した場合の方が微小化し、最小値がそれぞれ50 nm、20 nm程度であった。

前記孔質性ポリアミド酸微粒子分散液にピリジン／無水酢酸のモル比が1／1の混合溶液0.1 mLを攪拌下加えて、約2時間保持する化学イミド化が完了し、前記孔質性ポリアミド酸微粒子の孔質性を保った孔質性ポリイミド微粒子が得られた。孔質性ポリイミド微粒子の孔質性（孔径、粒径、孔率）を走査電子顕微鏡（SEM）観察した。結果を図5に示す。

【0016】

#### 【発明の効果】

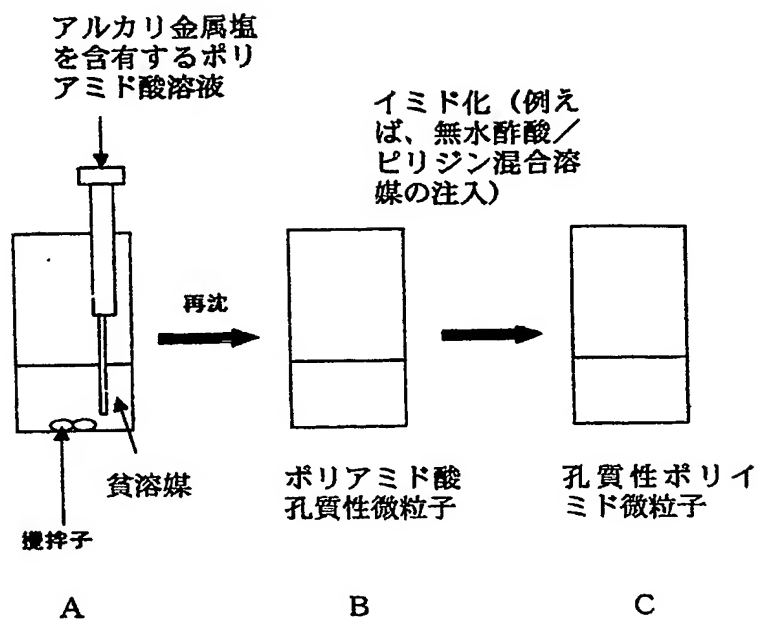
以上述べたように、本発明の方法によれば、確立されたポリイミド微粒子を製造する再沈法技術を利用することにより、前記孔径、孔率、粒径などを制御して、利用目的に合致した孔質性ポリイミド微粒子を、再現性良く、容易に製造することが出来るという、優れた効果がもたらされる。

#### 【図面の簡単な説明】

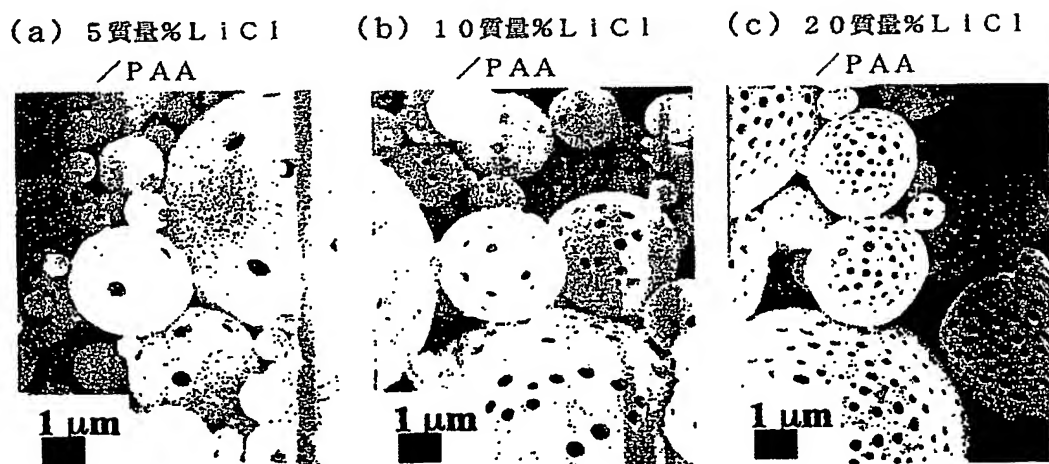
- 【図1】 本発明の孔質性ポリイミド微粒子の製造工程の概念図
- 【図2】 実施例1で得られた孔質性ポリイミド微粒子SEM写真
- 【図3】 実施例2で得られた孔質性ポリイミド微粒子SEM写真
- 【図4】 実施例3で得られた孔質性ポリイミド微粒子SEM写真
- 【図5】 実施例6で得られた孔質性ポリイミド微粒子SEM写真

## 【書類名】 図面

## 【図 1】

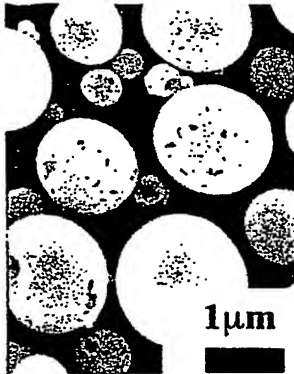


## 【図 2】

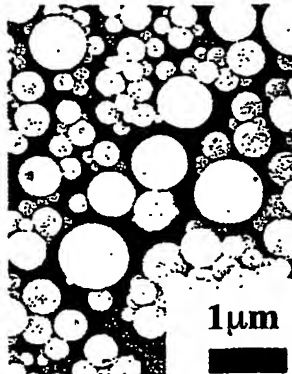


【図 3】

(a) 10容積%CS<sub>2</sub>

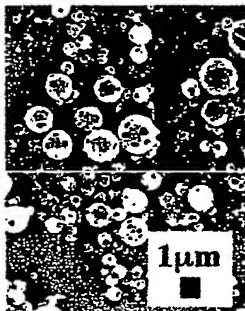


(b) 20容積%CS<sub>2</sub>



【図 4】

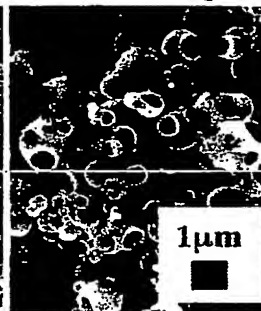
(a) LiBr



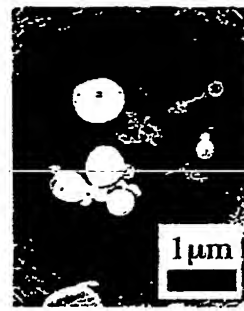
(b) LiI



(c) LiNO<sub>3</sub>



(d) KBr

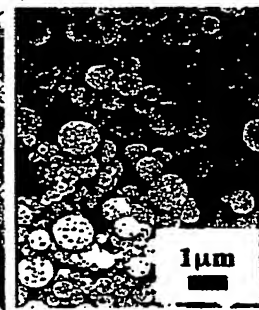


【図 5】

(a) 20℃



(b) 40℃



(c) 60℃



**【書類名】 要約書****【要約】**

**【課題】** 簡易で、再現性の良い孔質性ポリイミド微粒子の製造方法の提供

**【解決手段】** ポリアミド酸に対して0.5～80重量%のアルカリ金属塩を含有するポリアミド酸を0.1～15重量%の濃度で有機極性溶媒から選択されるポリアミド酸の良溶媒に溶解したポリマー溶液を、脂肪族系溶剤、脂環式系溶剤、芳香族系溶剤、CS<sub>2</sub>及びこれらの2種以上の混合物から選択され、温度を-20℃～60℃に制御した貧溶媒に注入して、前記貧溶媒の温度を制御して粒径が50nm～10000nmであり、前記アルカリ金属塩の含有量や種類により制御された20nm～500nmの孔径、0.1%～30%の孔率を有する孔質性ポリアミド酸微粒子を形成し、次いで該ポリアミド酸粒子を化学イミド化または熱イミド化、若しくは化学イミド化した後、熱イミド化をすることにより、前記孔径及び孔率を保持した孔質性ポリイミド微粒子を製造する方法。

**【選択図】** 図1



認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-363973
受付番号	50201902777
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成15年 2月13日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年12月16日
-------	-------------

次頁無

特願 2002-363973

出願人履歴情報

識別番号

[396020800]

1. 変更年月日

1998年 2月24日

[変更理由]

名称変更

住 所

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

氏 名

科学技術振興事業団